

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2003年 1月20日

出 願 番 号
Application Number: 特願2003-010648

パリ条約による外国への出願
に用いる優先権の主張の基礎
となる出願の国コードと出願
番号
The country code and number
of your priority application,
to be used for filing abroad
under the Paris Convention, is

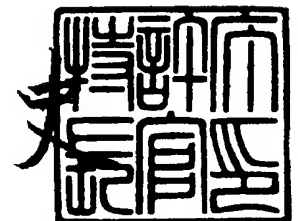
J P 2003-010648

出 願 人
Applicant(s): エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社

2008年10月20日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

鈴木 隆



【書類名】 特許願

【整理番号】 03000001

【提出日】 平成15年 1月20日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】

H01L 21/30

G01N 13/10

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地 セイコーインスツル
メンツ株式会社内

【氏名】 皆藤 孝

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地 セイコーインスツル
メンツ株式会社内

【氏名】 安武 正敏

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地 セイコーインスツル
メンツ株式会社内

【氏名】 藤井 利昭

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地 セイコーインスツル
メンツ株式会社内

【氏名】 岩崎 浩二

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地 セイコーインスツル
メンツ株式会社内

【氏名】 脇山 茂

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地 セイコーインスツル

メンツ株式会社内

【氏名】 高岡 修

【特許出願人】

【識別番号】 000002325

【氏名又は名称】 セイコーインスツルメンツ株式会社

【代表者】 入江 昭夫

【代理人】

【識別番号】 100096378

【弁理士】

【氏名又は名称】 坂上 正明

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008246

【納付金額】 21,000

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0103799

【プルーフの要否】 不要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 表面あるいは断面加工観察方法及びその装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 試料表面の一つ乃至複数の所望の箇所の表面あるいは断面を加工する第一の工程と、走査型プローブ顕微鏡のプローブを前記した加工表面あるいは加工断面上にて走査して、前記プローブと加工表面あるいは加工断面との間に発生する物理量を検出することにより前記加工表面あるいは加工断面を観察する第二の工程と、からなることを特徴とする表面あるいは断面加工観察方法。

【請求項 2】 前記第一の工程において、試料表面に集束エネルギービームを照射し、エッチングを行なうことによって加工表面あるいは加工断面を露出させることを特徴とする請求項 1 記載の表面あるいは断面加工観察方法。

【請求項 3】 前記集束エネルギービームが集束イオンビームであることを特徴とする請求項 2 記載の表面あるいは断面加工観察方法。

【請求項 4】 前記第一の工程で、集束イオンビームでのエッチング加工後、試料の所定の場所では有機金属ガスを集束イオンビームで分解させて電極及び配線を作成する工程を含む前記請求項 1 に記載の表面あるいは断面加工観察方法。

【請求項 5】 試料表面を加工してその加工表面あるいは加工断面を露出する手段と、かつ、その加工表面あるいは加工断面を観察する走査プローブ顕微鏡手段とを持つ表面あるいは断面加工観察装置を用いて、前記第一の工程と、前記第二の工程を行なうことを特徴とする請求項 1 記載の表面あるいは断面加工観察方法。

【請求項 6】 試料表面の一つ乃至複数の所望の箇所を加工してその表面あるいは断面を露出する第一の工程と、前記露出した表面あるいは断面に残った損傷部分を取り除いた後、前記露出した表面あるいは断面を構成する各物質の相違に基づいた段差を形成する第二の工程と、前記露出した表面あるいは断面を走査プローブ顕微鏡にて観察する第三の工程と、からなることを特徴とする表面あるいは断面加工観察方法。

【請求項 7】 前記段差を形成する前に前記露出した表面あるいは断面を鏡面にする工程を有することを特徴とする請求項 6 記載の表面あるいは断面加工観察

方法。

【請求項 8】 前記集束エネルギービーム照射手段にて試料の表面あるいは断面を露出し、前記プローブにて表面あるいは断面の観察を行なう工程を順次繰り返すことを特徴とする請求項 1 記載の表面あるいは断面加工観察方法。

【請求項 9】 集束エネルギービームを試料表面の所望の箇所に走査照射し、試料表面を加工して試料の表面あるいは断面を加工する集束エネルギービーム照射手段と、プローブを前記加工面にて走査して前記プローブと試料加工面との間に発生する物理量を検出することにより試料の加工表面あるいは断面を観察する走査プローブ顕微鏡手段とを持つことを特徴とする表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 10】 前記集束エネルギービームが集束イオンビームであることを特徴とする請求項 9 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 11】 前記露出した表面あるいは断面をエッチング加工するエッチング加工手段を持つことを特徴とする請求項 9 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 12】 前記エッチング加工手段が、不活性粒子ビーム照射手段であることを特徴とする請求項 11 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 13】 前記エッチング加工手段が、エッチングガスの吹き付け手段であることを特徴とする請求項 11 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 14】 前記エッチング加工手段が、レーザビーム照射手段であることを特徴とする請求項 11 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 15】 前記物理量が、試料の導電性、ドーパント濃度、誘電率、電位、漏洩磁界、スピン相互作用などの試料の電気磁気物性に関する物理量であることを特徴とする請求項 9 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 16】 前記物理量が、試料の硬さ、摩擦、粘弾性などの試料の力学的物性に関する物理量であることを特徴とする請求項 9 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 17】 集束エネルギービームを試料表面の所望の箇所に走査照射し、試料表面を加工して試料の表面あるいは断面を加工する集束エネルギービー

ム照射手段と、プローブを前記加工面上にて走査して、追加工を行ない追加工後、前記プローブと加工試料表面あるいは断面との間に発生する物理量を検出することにより試料の表面あるいは断面を観察する走査プローブ顕微鏡手段とを持つことを特徴とする表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 18】 前記集束エネルギービームが集束イオンビームであることを特徴とする請求項 17 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 19】 前記露出した表面あるいは断面をエッチング加工するエッチング加工手段を持つことを特徴とする請求項 17 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 20】 前記エッチング加工手段が、不活性粒子ビーム照射手段であることを特徴とする請求項 17 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 21】 前記エッチング加工手段が、エッチングガスの吹き付け手段であることを特徴とする請求項 17 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 22】 前記エッチング加工手段が、レーザビーム照射手段であることを特徴とする請求項 17 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 23】 前記物理量が、試料の導電性、ドーパント濃度、誘電率、電位、漏洩磁界、スピン相互作用などの試料の電気物性に関する物理量であることを特徴とする請求項 17 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 24】 前記物理量が、試料の硬さ、摩擦、粘弾性などの試料の力学的物性に関する物理量であることを特徴とする請求項 17 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 25】 前記追加工手段が、ダイヤモンド針にて試料表面を削る切削手段であることを特徴とする請求項 17 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 26】 前記追加工手段が、導電性プローブと表面あるいは断面に電圧を印加し、陽極酸化することにより表面あるいは断面に絶縁層を形成することを特徴とする請求項 17 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 27】 前記走査プローブ顕微鏡の前記プローブの位置を観察する顕微鏡手段を持ち、前記顕微鏡手段の観察情報に基づき前記プローブ位置を制御

することを特徴とする請求項 9 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 28】 前記顕微鏡手段が、光学顕微鏡であることを特徴とする請求項 27 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 29】 前記顕微鏡手段が、走査電子顕微鏡であることを特徴とする請求項 27 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【請求項 30】 前記集束エネルギービーム照射手段にて試料の表面あるいは断面を露出する工程と、前記走査プローブ顕微鏡にて表面あるいは断面の観察を行なう工程とを順次繰り返す切り換え手段を有することを特徴とする請求項 9 記載の表面あるいは断面加工観察装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

近年、半導体デバイスや表示デバイスなどの各種デバイスは、機能向上を実現するため、その構造は微細に、そして複雑になっている。特に、各デバイスを形成する素子や配線が数原子層レベルの薄膜を重ねた積層構造になっており、その構造を観察する需要は高い。

【0002】

本発明は、試料表面の所望の箇所に一つ乃至複数の表面あるいは断面構造加工部を形成し、その表面あるいは断面を観察することにより、各種デバイスの研究開発、製造工程管理、不良解析など行なうことにより、各種デバイスの発展に寄与することを目的になされている。

【0003】

【従来の技術】

第一の技術として、集束イオンビームにて試料表面の所望箇所に断面構造露出を形成し、露出した表面あるいは断面を集束イオンビームによる走査イオン顕微鏡像や電子ビーム走査による走査電子顕微鏡像にて観察する方法が知られている（例えば、特許文献 1 参照）。

【0004】

第二の技術として、集束イオンビームにて試料表面の所望箇所をエッチング加

工して小片試料を取り出し、取り出した小片試料を透過電子顕微鏡にて観察する方法が知られている（例えば、特許文献2参照）。

【0005】

【特許文献1】

特開平2-123749号公報（第2-3頁、第2図）

【0006】

【特許文献2】

特開2002-148162号公報（第2頁、第3図）

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

従来の第一の技術では、走査イオンビーム顕微鏡像や、走査電子顕微鏡像を用いて試料の表面あるいは断面構造を観察するが、その観察分解能が不足しているという課題があった。走査電子顕微鏡像の空間分解能は、1 nmに匹敵するものが最高性能のものとして知られているが、試料を形成する最も薄い膜構造の厚さが1 nm程度であることから、膜の厚さを管理するに不十分である。

【0008】

従来の第二の技術は、試料の断面構造観察に透過電子顕微鏡像を用いる。透過電子顕微鏡では、膜構造を形成する原子を観察できることから、空間分解能は十分である。しかしながら、透過電子顕微鏡で観察するための小片試料を集束イオンビーム装置で作製し、作製した小片試料を透過電子顕微鏡にて観察することから、工程全体のスループットを上げることができないという課題があった。

【0009】

また従来の一二の技術では、試料の形状情報が得られるのみで試料の電気特性、力学特性は得られなかった。

【0010】

【課題を解決するための手段】

本発明は上記の問題点を解決するための発明されたものである。

【0011】

試料表面の所望の箇所に、集束エネルギービームを走査照射してエッチング加

工を行って、試料の所定の層の表面あるいは断面構造を露出して、露出した表面あるいは断面を走査プローブ顕微鏡にて観察する表面あるいは断面加工観察方法である。集束エネルギービームとしては、集束イオンビーム、不活性粒子ビーム、レーザビームなどが用いられる。

【0012】

また、試料表面の所望の箇所に穴あけ加工を行なう集束エネルギービーム照射手段と、集束エネルギービーム照射手段を用いてあけられた穴の側壁を観察する走査プローブ顕微鏡手段とを持つことを特徴とする表面あるいは断面加工観察装置である。穴あけ加工の手段としては、集束イオンビーム照射手段の他に、不活性粒子ビーム照射手段や、レーザビーム照射手段、あるいはダイヤモンド針にて試料表面を削る切削手段がある。

【0013】

【発明の実施の形態】

図1に本発明の方法を説明する。

【0014】

図1 aに示すように、試料の所定箇所に集束エネルギービーム11を照射し、サンプル12の13を被エッチング領域として穴あけ加工を行なう。行なう

続いて、図1 bに示すように、露出した表面あるいは断面の表面に、エッチング加工を行なう。エッチング加工は、例えば、表面あるいは断面表面に対して極浅い角度でアルゴンイオンビーム14を照射して行なう。または、エッチングガスを吹き付けても良い。これにより、集束エネルギービーム照射によって行なうスパッタエッチング加工の際の、表面あるいは断面表面に残る損傷層を被エッチング領域15として除去する。また、鏡面加工後に、図1 cに示すように材質によるエッチング速度の相違を利用して、積層構造物の材質の差に基づいた段差16を形成することもできる。あるいは材質の反応性ガスに対するエッチング速度の差を利用して、層状構造物の材質による凹凸を作成することも可能である。

【0015】

そして、図1 dに示すように、表面あるいは断面を走査プローブ顕微鏡のプローブ17を走査させることによって観察する。

【0016】

図2に本発明による装置を説明する。

【0017】

イオンビームを集束して試料表面に走査照射する集束イオンビーム照射手段1と、電子ビームを集束して試料表面の集束イオンビーム照射領域と同じ箇所を走査照射する電子ビーム照射手段2が真空容器3に取り付けられている。真空容器3は、真空ポンプ4によって真空状態に保たれている。そして、真空容器3には、図示されていない試料を載置している試料台を有し、試料台はX、Y軸、Z軸と傾き調整する多軸試料ステージ5が設置されている。また、集束イオンビーム照射手段あるいは電子ビーム照射手段によるビーム照射領域の試料表面と、集束イオンビーム照射手段によって形成された試料の表面あるいは断面を観察可能な走査プローブ顕微鏡6が、真空容器3に取り付けられている。この走査プローブ顕微鏡のプローブと加工試料表面の間にはバイアス電源が接続されておりプローブと加工試料間に電圧を印加できる構成としている。また、プローブあるいは加工試料を通して流れ込む電流を検出する微小電流計が備わっている。そして、これらはコンピュータシステム7によって管理されている。

【0018】

真空容器3を大気状態にし、試料ステージ5に試料を設置する。試料表面の被加工領域が集束イオンビーム照射領域になるよう試料ステージ5を動作させる。そして、試料表面の被加工領域に集束イオンビーム照射手段1により集束イオンビームを走査照射し、試料表面にイオンビームが照射されることによって発生する二次荷電粒子を、図示されていない真空容器3に取り付けられている二次荷電粒子検出器によって検出し、試料表面の走査イオン顕微鏡像を観察する。走査イオン顕微鏡像から、表面あるいは断面形成箇所を決定し、表面あるいは断面形成領域に集束イオンビームを走査照射することにより、試料の積層構造が露出する表面あるいは断面形成加工を行なう。

【0019】

続いて、露出した表面あるいは断面部分に、図示されていないアルゴンイオンビーム照射手段によってアルゴンイオンビームを露出表面あるいは断面部分に対

して浅い入射角度にて照射し、表面あるいは断面部分表面をエッチングする。これにより、集束イオンビーム照射によって表面あるいは断面部分に残っている損傷部分を除去する。

【0020】

そして、表面あるいは断面部分を走査プローブ顕微鏡手段6によって観察する。走査プローブ顕微鏡としては、走査型トンネル顕微鏡STMや原子間力顕微鏡AFMなど多様な観察原理、観察方法が知られているが、積層構造物の材質や膜の厚さ、そして観察の目的などに合わせて最適な測定モードの顕微鏡が選択できる。以下に電気・磁氣的測定、力学的測定、高分解能形状測定について説明する。

【0021】

第一に加工試料面の電気・磁氣的測定例として、ドーパント濃度あるいは誘電率測定は、プローブ近傍に、高感度のキャパシタンス検出器を配備し、バイアス電源より交流電圧を試料に印加し、プローブ直下のキャパシタンス変化を同期検出する。このキャパシタンス変化より試料のドーパント濃度あるいは誘電率を算出する。また、加工試料面あるいは断面の導電性を測定する場合は、導電性プローブを被測定部に接触させ、バイアス電源より電圧を走査し、その時流れる電流を前記微小電流計により検出し、接触点でのI/Vカーブを測定する。あるいはバイアス電圧一定で、プローブを走査させ、電流像マッピングを行なう。さらに加工試料面あるいは断面の電位を測定する場合は、試料面に交流電圧を印加し、この交流電界の周波数で振動するカンチレバーの振幅がゼロになるようにバイアス電源電圧を制御し、この制御電圧から試料の表面電位を測定する。最後に磁性体プローブを用いて表面あるいは断面より漏洩している磁区を磁気力顕微鏡により測定する。

【0022】

第二に加工試料面の力学的性質の測定を説明する。試料面の摩擦情報は、摩擦力顕微鏡により測定する。層状に構成された断面材質の摩擦力の違いにより積層された物質のコントラストが付き積層された膜厚が測定できる。また加工表面の摩擦力の違いより、積層された物質中の異物などが検出できる。つぎに加工試料

面の硬さ情報は、試料面にプローブを接触させ微小振動を与える。この微小振動を与えている電源とプローブの振動位相差より試料面の硬さ情報が求まる。

第三にSPMを用いた高分解能測定を説明する。

【0023】

断面の層状試料の厚みは、1-2 nmと縮小している。この断面を高分解能で測定するために、断面部分のエッチングには、低加速のアルゴンイオンビーム照射し、イオンビーム加工によるダメージ層を除去する。最後に加工面を鏡面に近い状態に仕上げる。さらにエッチングガスを断面部分に吹き付けても良い。このとき、エッチングガス吹き付けと同時に電子ビーム照射手段2によって電子ビームを照射しても良い。これにより、断面の損傷部分を除去すると同時に、断面部が鏡面に近い状態に仕上がり、また断面を構成する積層構造物の材質の差に基づいた選択エッチングにより、断面部分に微小な段差が生成し、この段差を高分解能SPMで測定することにより、サブナノメータの分解能で断面層状構造の画像化が可能になる。

【0024】

【発明の効果】

本発明により、異なる情報を得ることのできる走査プローブ顕微鏡にて試料表面に形成した一つ乃至複数の表面あるいは断面部分を観察することで、透過電子顕微鏡に匹敵する空間分解能を得ると共に、従来方法では得られなかった加工試料面の電気・磁気・力学的情報がより短い作業時間にて観察することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明による表面あるいは断面加工観察方法の説明図である。

【図2】

本発明による表面あるいは断面加工観察装置の説明図である。

【符号の説明】

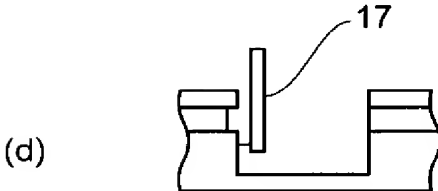
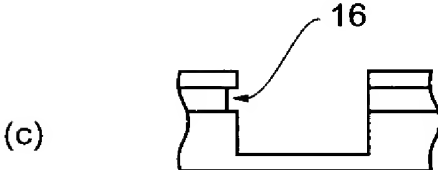
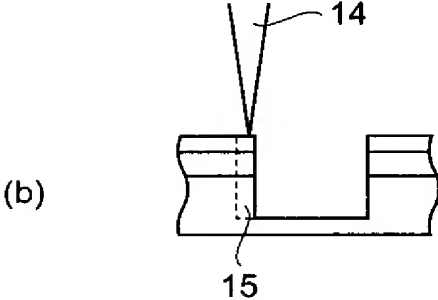
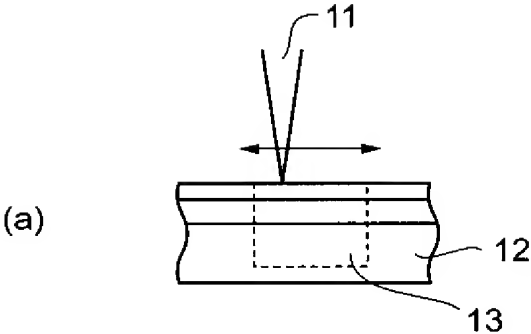
- 1 集束イオンビーム照射手段
- 2 電子ビーム照射手段
- 3 真空容器

- 4 真空ポンプ
- 5 試料ステージ
- 6 走査プローブ顕微鏡手段
- 7 装置制御コンピュータ
- 1 1 集束エネルギービーム
- 1 4 アルゴンイオンビーム

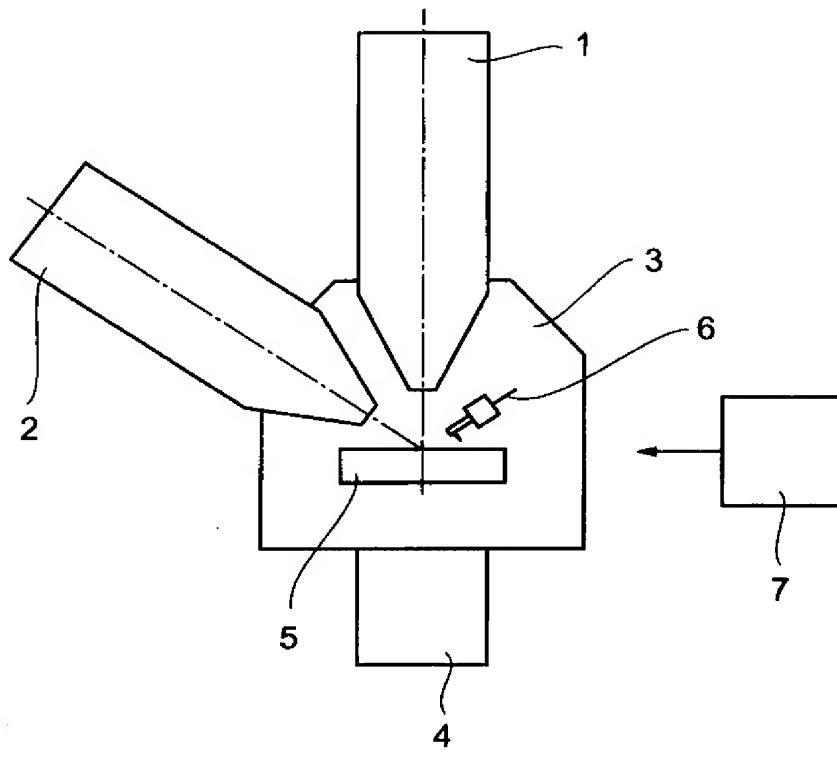
【書類名】

図面

【図 1】



【図2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 微細化、集積化の進んだデバイスの積層構造を確認する場合、走査電子顕微鏡観察では、分解能が不足する。透過電子顕微鏡観察では、透過電子顕微鏡観察のための試料作製をする必要があり、高いスループットを実現することができないという問題点があった。上記問題点を解決することを課題とする。

【解決手段】 試料5の表面を加工して表面あるいは断面を露出させる手段1と、露出した表面あるいは断面を観察する走査プローブ顕微鏡手段6からなる表面あるいは断面加工観察装置と、その装置を用いた表面あるいは断面加工観察方法。

【選択図】 図2

【書類名】 出願人名義変更届（一般承継）
【整理番号】 03000001
【提出日】 平成16年 5月26日
【あて先】 特許庁長官 殿
【事件の表示】
 【出願番号】 特願2003- 10648
【承継人】
 【識別番号】 503460323
 【氏名又は名称】 エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社
 【代表者】 船本 宏幸
【承継人代理人】
 【識別番号】 100079212
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 松下 義治
【提出物件の目録】
 【包括委任状番号】 0401441
 【物件名】 承継人であることを証する書面 2
 【援用の表示】 承継人であることを証する書面（承継証明書）は同日付提出の平成5年特許願第040318号の出願人名義変更届（手続補足書）に添付されたものを、登記簿謄本は平成16年1月20日付提出の平成10年074663号の出願人名義変更届（手続補足書）に添付のものを援用致します。

出願人履歴

000002325

19970723

名称変更

595069930

千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地

セイコーインスツルメンツ株式会社

000002325

20040910

名称変更

595069930

千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地

セイコーインスツル株式会社

503460323

20031215

新規登録

千葉県千葉市美浜区中瀬1丁目8番地

エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社